



## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **06285091 A**(43) Date of publication of application: **11 . 10 . 94**

(51) Int. Cl.

**A61C 13/083**  
**A61C 5/08**
(21) Application number: **05098370**(22) Date of filing: **02 . 04 . 93**(71) Applicant: **NORITAKE CO LTD**
(72) Inventor:  
**OTSUKA KENICHI**  
**FUKUI YASUTAKA**  
**TAKIMOTO AKIO**  
**KAMIYA TADAO**  
**SAKA KIYOKO**  
**SAKA KIBARA TADAO**  
**FUKUDA YOICHI**
**(54) METAL-CONTAINING DENTAL PORCELAIN  
 FRAME AND ITS PRODUCTION**
**(57) Abstract:**

**PURPOSE:** To rapidly obtain the dental porcelain frame for prosthetic restoration of the front tooth part having excellent strength and toughness by forming the dental porcelain frame of a material formed by impregnating a ceramic porous layer contg. metal with glass.

**CONSTITUTION:** This dental porcelain frame consists of the material formed by impregnating the ceramic porous

layer contg. the metal with the glass. Gold (Au) is adequately used as the metal and alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) as the ceramics. Glass having constituting components consisting of  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and  $\text{La}_2\text{O}_3$  is used as the glass and is so formed that the compsn. ratios (molar ratios) thereof are  $(\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3) / (\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{La}_2\text{O}_3) = 0.40$  to  $0.52$  and  $\text{B}_2\text{O}_3 / (\text{B}_2\text{O}_3 + \text{La}_2\text{O}_3) = 0.46$  to  $0.72$ . As a result, the dental porcelain frame having the excellent strength and toughness is obtd. in an extremely short period of time.

COPYRIGHT: (C)1994,JPO

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-285091

(43)公開日 平成6年(1994)10月11日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
A 6 1 C 13/083		7108-4C		
5/08		7108-4C		

審査請求 未請求 請求項の数 8 F D (全 10 頁)

(21)出願番号 特願平5-98370

(22)出願日 平成5年(1993)4月2日

(71)出願人 000004293

株式会社ノリタケカンパニーリミテド

愛知県名古屋市西区則武新町3丁目1番36号

(72)発明者 大塚 健一

愛知県名古屋市西区則武新町三丁目1番36号 株式会社ノリタケカンパニーリミテド内

(72)発明者 福井 康隆

愛知県名古屋市西区則武新町三丁目1番36号 株式会社ノリタケカンパニーリミテド内

(74)代理人 弁理士 加藤 朝道

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 金属含有歯科用陶材フレーム及びその製造方法

(57)【要約】

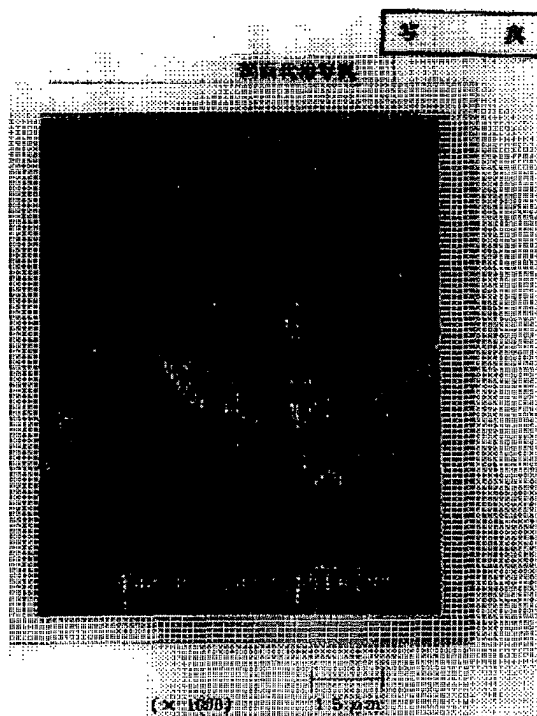
【構成】アルミナ( $Al_2O_3$ )粉末原料に金(Au)粉末を添加した混合粉末原料を成形、焼成して多孔質層を形成した後、該多孔質層に、ガラス組成比(モル比)が、

$$(SiO_2 + Al_2O_3) / (SiO_2 + Al_2O_3 + B_2O_3 + La_2O_3) = 0.40 \sim 0.52$$

$$B_2O_3 / (B_2O_3 + La_2O_3) = 0.46 \sim 0.72$$

であるガラスを含浸させる。

【効果】強度および靱性が優れかつその信頼性が高い歯科用陶材フレームを非常に短い時間で得ることができる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】金属を含有するセラミック多孔質層にガラスを含浸させてなる金属含有歯科用陶材フレーム。

【請求項2】上記セラミックがアルミナ ( $Al_2O_3$ ) であることを特徴とする請求項1記載の金属含有歯科用陶材フレーム。

【請求項3】上記金属が金 (Au) であることを特徴とする請求項1または2に記載の金属含有歯科用陶材フレーム。

【請求項4】上記ガラスが構成成分として  $B_2O_3$ 、Si  $O_2$ 、 $Al_2O_3$  および  $La_2O_3$  からなることを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の金属含有歯科用陶材フレーム。

【請求項5】セラミック粉末原料に金属粉末を添加した混合粉末原料を成形、焼成して多孔質層を形成した後、該多孔質層にガラスを含浸させることを特徴とする金属含有歯科用陶材フレームの製造方法。

【請求項6】上記セラミック原料がアルミナ ( $Al_2O_3$ ) であり、上記金属粉末原料が金 (Au) であることを特徴とする請求項5記載の金属含有歯科用陶材フレームの製造方法。

【請求項7】上記ガラスが、下記なる組成比 (モル比) のガラスからなることを特徴とする請求項5または6記載の金属含有歯科用陶材フレームの製造方法。

$$(SiO_2 + Al_2O_3) / (SiO_2 + Al_2O_3 + B_2O_3 + La_2O_3) = 0.40 \sim 0.52$$

$$B_2O_3 / (B_2O_3 + La_2O_3) = 0.46 \sim 0.72$$

【請求項8】上記ガラスが、下記なる組成比 (モル比) のガラスからなることを特徴とする請求項5～7のいずれかに記載の金属含有歯科用陶材フレームの製造方法。

$$(SiO_2 + Al_2O_3) / (SiO_2 + Al_2O_3 + B_2O_3 + La_2O_3) = 0.45 \sim 0.52$$

$$B_2O_3 / (B_2O_3 + La_2O_3) = 0.46 \sim 0.72$$

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、前歯部の補綴修復用の歯科用陶材フレーム及びその製造方法に関する。

## 【0002】

\*

## \* 【従来の技術】近年、虫歯等の疾患や事故などの原因

で、天然歯の一部または数本が欠損した場合、セラミックス製人工歯すなわち金属焼付ポーセレンで補綴修復することが行われている。金属焼付ポーセレンとは、外観にふれる部分にポーセレンすなわち歯科用陶材 (以下ポーセレンという。) を、外観と関係ない部分に金属すなわち陶材焼付用合金を使用して両者を焼き付けたものである。

【0003】しかし、この金属焼付ポーセレンは、その構造が金属で裏打ちしてその上に0.8～1.2mmのポーセレンを焼き付けてあるため、入射した光がこの部分で全てブロックされて反射してくるため、金属面に接して焼成したオベーク層の影響を強く受けて反射率の高い、浮き上がった色調になりやすいという欠点がある。その上、この制限された構造の中で自然感に優れた色調を再現するには、長年の熟練した技術を必要とする。

【0004】そこで、色調の観点から、金属の裏打ちのないオールセラミッククラウンが注目を浴び、種々のポーセレンが提案されている。例えば、ガラス基質相の中に高い強さと弾性を持ったポーセレン結晶 (石英、アルミナ) を分散させることによって強化されるガラス分散強化法 (従来例A)、アルミナウィスカー (ひげ結晶) によるガラスの分散強化法 (従来例B)、アルミナ高濃度材 (アルミナ75%以上) にアルミナポーセレンベニア層を被覆した複合材 (従来例C)、ガラス中にマイカ結晶を析出させたものあるいは長石系ガラスに骨材として  $Al_2O_3$  を混入させたもの (従来例D)、イオン交換によるポーセレン内への応力表面層の生成 (従来例E) などがある。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記従来材の抗折強度および破壊靱性は表1に示すように、従来例Cを除いて金属に比べると著しく強度および靱性に劣るものであって、いずれの提案も強度および靱性の点で、満足すべきものではない。

## 【0006】

## 【表1】

	抗折強度 ( $kg/mm^2$ )	破壊靱性 ( $kg/mm^{2/3}$ )
従来例A	15.0	9.0
従来例B	10.0	6.0
従来例C	37.2	22.2
従来例D	8.5～11.0	4.0～7.5
従来例E	13.0	8.0

(注) 破壊靱性値の測定は、I F法による。

【0007】従って、上記従来例でオールセラミッククラウンを製作するにしても、セラミックコア材としての強度が不足するため、せいぜい単冠しか作製が困難であって、三冠以上のブリッジ等は到底製作することが出来ないのが現状である。なお、従来例Cは、歯科用陶材フレームとしては強度的に充分なのであるが、焼成時の収縮が大きくクラックが発生するという欠点があり、オールセラミッククラウンとして実用化されるまでには至っていない。

【0008】そこで、本発明者等は先の出願（特願平3-246915および特願平3-358967）において、歯科用陶材フレームおよびその製造方法の発明を提案した。これらの出願は、多孔質セラミックと該多孔質セラミックに含浸されたガラスとからなることを特徴とするものであって、ポーセレンを構成するセラミックを多孔質としたので、焼成によるクラックの発生がなく、多孔質セラミック層はポーセレンコア材としての強度と靱性を確保する構造材として作用し、これにガラスを含浸させたので、抗折強度が $30\text{ kg/mm}^2$ 以上、破壊靱性が $20\text{ kg/mm}^{3/2}$ 以上であって、強度と靱性の優れた歯科用陶材フレームを得ることができた。

【0009】しかしながら、上記の歯科用陶材フレームにおいては、その破壊靱性値にバラツキが生じ易くその陶材フレームの信頼性に問題があった。また、焼成した多孔質セラミックへのガラスの含浸は、多孔質焼成温度よりやや低い温度で6時間以上保持する必要がある、結局所望の歯科用陶材フレームを得るためには長時間を要するという問題があった。

【0010】本発明は強度および靱性に優れた歯科用陶材フレームを得るために長時間を要し、信頼性に劣るという上記の問題点を解決するためになされたものであって、強度および靱性の優れかつその信頼性が高い歯科用陶材フレーム及びその陶材フレームを非常に短い時間で得ることのできる歯科用陶材フレームの製造方法を提供することを目的とする。

#### 【0011】

【課題を解決するための手段】発明者等は先ず陶材フレームのより高強度、靱性の信頼性及びセラミック多孔質層へのガラスの含浸時間を短縮するため、多孔質層を形成する原料に着目し、セラミック原料に金属粉末を添加して多孔質層を形成した。また、特定のガラス組成のガラスを含浸ガラスとして、その多孔質層にガラスを含浸させることにより短時間に、高強度靱性の信頼性のある陶材フレームの作成が可能であるとの新たな知見を得た。

【0012】次いで、発明者等は上記問題点を解決するため、金属酸化物原料に添加する金属粉末についても検討を重ね且つ、この多孔質セラミックに含浸させるガラスの組成についても検討を重ねた。この結果、金属粉末として、焼成雰囲気限定すれば非金属でも強度等特性

上は問題ないが、衛生面においての観点から、Pt、Pd、Ag、Au、Au合金、Pd-Ag合金等貴金属粉末が好まれて使用可能であるが、中でも特に、色調の点からAuを使用することが好ましいことを見出した。すなわちAu金属を使用することにより色調が肌色に近くやわらか味が生じ、且つAu金属自身の抗菌作用により陶材フレームに抗菌性が生じることが分かった。

【0013】さらに含浸させるガラスの成分としては、 $\text{La}_2\text{O}_3$ はガラス強度および硬質増加、さらに色消し剤としての作用と含浸に有利な粘性との観点から、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ はガラスの強度および硬度増加の観点から好ましく、所定の含有量で $\text{La}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ を含有するホウケイ酸系ガラスが極めて有利であること、一定の組成範囲において急速含浸が可能であることを見出して本発明を完成した。

【0014】即ち、本発明の金属含有歯科用陶材フレームでは、金属を含有するセラミック多孔質層にガラスを含浸させることを特徴とする（請求項1）。上記のセラミックは、アルミナ（ $\text{Al}_2\text{O}_3$ ）であることが好ましい（請求項2）。上記の金属は、金（Au）であることが好ましい（請求項3）。上記のガラスは、構成成分として $\text{B}_2\text{O}_3$ 、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ および $\text{La}_2\text{O}_3$ からなることをが好ましい（請求項4）。

【0015】また本発明の金属含有歯科用陶材フレームの製造方法では、セラミック粉末原料に金属粉末を添加した混合粉末原料を成形、焼成して多孔質層を形成した後、該多孔質層にガラスを含浸させることを特徴とする（請求項5）。

【0016】上記のセラミック原料はアルミナ（ $\text{Al}_2\text{O}_3$ ）であり、上記の金属粉末原料は金（Au）であることが好ましい（請求項6）。

【0017】上記のガラスは、下記なる組成比（モル比）のガラスからなることが好ましい（請求項7）。

$$(\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3) / (\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{La}_2\text{O}_3) = 0.40 \sim 0.52$$

$$\text{B}_2\text{O}_3 / (\text{B}_2\text{O}_3 + \text{La}_2\text{O}_3) = 0.46 \sim 0.72$$

【0018】上記のガラスは、下記なる組成比（モル比）のガラスからなることがより好ましい（請求項8）。

$$(\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3) / (\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{La}_2\text{O}_3) = 0.45 \sim 0.52$$

$$\text{B}_2\text{O}_3 / (\text{B}_2\text{O}_3 + \text{La}_2\text{O}_3) = 0.46 \sim 0.72$$

#### 【0019】

【作用】以下、本発明の金属含有歯科用陶材フレーム及びその製造方法について、製造方法を中心にさらに詳しく説明する。

【0020】本発明の歯科用陶材フレームの製造方法は、多孔質層を形成する工程と、その後上記多孔質セラミック材にガラスを含浸させる工程に大別される。

【0021】上記の多孔質層を形成する工程において、

セラミック粉末原料としては、ジルコニア、アルミナ等が使用可能であるが、特に耐触性、強度の点からアルミナ原料が好ましい。又、金属原料としては、色調、付与的な抗菌作用の寄与によりAu金属が好ましい。

【0022】上記原料を用いて、金属成分をセラミック粉末原料に混合しその粉末を溶液により混練して成形体を作成する。セラミックコアを成形するには、例えばコンデンス法、スリップキャスト法、刷毛成形法等の従来から公知の方法で行うことができる。

【0023】セラミックコアは、好ましくは1100～1250℃の焼成温度で保持時間も含めて0.5～4時間焼成して多孔質層とされる。

【0024】多孔質セラミック材にガラスを含浸させる工程において、上記含浸ガラスはその構成成分が $B_2O_3$ 、 $SiO_2$ 、 $Al_2O_3$ および $La_2O_3$ からなることが好ましい。 $B_2O_3$ 、 $SiO_2$ はガラス上の必須成分であり、 $La_2O_3$ はガラス強度および硬質増加、さらに色消し剤としての作用と含浸に有利な粘性との観点から、 $Al_2O_3$ はガラスの強度および硬度増加の観点から好ましい。

【0025】また、多孔質セラミックに含浸するガラスの組成比（モル比）を、

$$(SiO_2 + Al_2O_3) / (SiO_2 + Al_2O_3 + B_2O_3 + La_2O_3) = 0.40 \sim 0.52$$

$$(B_2O_3) / (B_2O_3 + La_2O_3) = 0.46 \sim 0.72$$

とするか、または

$$(SiO_2 + Al_2O_3) / (SiO_2 + Al_2O_3 + B_2O_3 + La_2O_3) = 0.45 \sim 0.52$$

$$(B_2O_3) / (B_2O_3 + La_2O_3) = 0.46 \sim 0.72$$

とすることにより、ガラスの粘性および強度が向上し、含浸時間が著しく短縮される。例えば、焼成した多孔質セラミックへのガラスの含浸が1時間、すなわち、従来の1/6に短縮できる。

【0026】多孔質セラミックに含浸するガラスの組成比を、

$$(SiO_2 + Al_2O_3) / (SiO_2 + Al_2O_3 + B_2O_3 + La_2O_3) = 0.40 \sim 0.52$$

としたのは、この比が0.40未満であると、含浸したガラスの硬度が不十分になるからであり、0.52を越えると、ガラスの粘性が高くなり、含浸時間が長くなるからである。なお、この比を0.45～0.52とするとさらに高い硬度が得られる。

【0027】また、 $B_2O_3 / (B_2O_3 + La_2O_3) = 0.46 \sim 0.72$ としたのは、この比が0.72を越えると、含浸したガラスの硬度が不十分になるからであり0.46未満であるとガラスの粘性が高くなり、含浸時間が長くなるからである。

【0028】焼成した多孔質セラミック層へのガラスの

含浸は、多孔質層を作成する焼成温度よりやや低い温度で保持することが好ましい。なお、昇温速度については、使用する材料および築盛方法等に応じて選択することができる。

【0029】このようにして得られた金属含有歯科用陶材フレームでは、セラミックコア材として強度と靱性が確保されると共に、混合する金属の作用により、高強度、靱性値のばらつきが少なく信頼性に優れたものとなる。

【0030】また、混合する金属としてAu金属を用いた場合、色調が肌色に近くやわらか味が生じ且つAu金属自身の抗菌作用により陶材フレームに抗菌性が生じる。

【0031】さらに、多孔質層に含浸させる含浸用ガラスに $Al_2O_3$ と $La_2O_3$ を含有せしめると、強度および硬度を高めるばかりでなく、含浸に有利な粘性を確保すると共に、ガラスの物理的消色材として作用し、自然感に優れた色調を再現することができる。

【0032】

【実施例】

（実施例A）表2に示すように、アルミナ酸化物粉末原料3gに対して粒径を0.1～2.0μmの範囲で変化させた金金属（Au）を0.6、0.3、0.18、0.06、0.03g混合し、石膏板上に鑄込み又は刷毛成形により多孔質層を成形した後、その多孔質層を1210℃まで1時間で昇温しその後1210℃で1時間保持して焼成した。得られた多孔質層に表4のG2に示す調合組成のガラスを用い1200℃まで30分間で昇温しその後1200℃で1時間保持の条件にてガラスを含浸させた。その含浸後の試料の強度、破壊靱性を測定し表2に併せて示した（実施例1～12）。

【0033】また、アルミナ酸化物粉末原料3gに対して、白金0.334、0.200g、パラジウム金属0.183、0.11gを添加して同様に多孔体を作成し、ガラスを含浸後の試料の強度、破壊靱性の測定を行った（実施例13～16）。なお、実施例1～16のうち、鑄込み成形法を用いたものは、実施例1、3、4、11であり、他は刷毛成形法を用いた。

【0034】さらに、比較例1として、アルミナ酸化物粉末原料3gを、石膏板上に刷毛成形により多孔質層を成形した後、その多孔質層を1210℃まで1時間で昇温しその後1210℃で1時間保持して焼成した。得られた多孔質層に表4のG2に示す調合組成のガラスを用い1200℃まで30分間で昇温しその後1200℃で1時間保持の条件にてガラスを含浸させた。その含浸後の試料の強度、破壊靱性を測定し表2に示した。

【0035】なお、上記強度試験は3点曲げ試験により、上記破壊靱性試験（IF法による）は、以下の機器、条件で行った。

使用機器：松沢精機製ビッカース硬度計 DVK-1

試験条件：温度-----常温

荷重-----20 Kgf

荷重印加速度-----70  $\mu\text{m/s}$ 

保持時間-----15秒

圧コン数-----5個/試料

\* 2cの測定は圧コン押込後10分後に行った。なお、  
試料は受入れのままで実施した。

\*

\* 【0036】なお、試験結果の値は以下による。

$$K_c = (0.073 \times P) \div C^{1.5}$$

 $K_c$  : 破壊靱性値 (Kgf/mm<sup>3/2</sup>)

P : 荷重 (Kgf)

c : 亀裂の半長 (mm)

【0037】

【表2】

	アルミ量 (g)	金 量 (g)	使用金粒子 径( $\mu\text{m}$ )	ガラス含浸後 の強度 (Kgf/mm <sup>2</sup> )	ガラス含浸後 の靱性値 (Kgf/mm <sup>3/2</sup> )	ガラス含浸後 の靱性値 (Kgf/mm <sup>3/2</sup> ) のバラツキ (標準偏差)
実施例1	3	0.6	0.5	36.9	—	—
実施例2	3	0.6	1.0	39.2	17.8	1.144
実施例3	3	0.3	0.1	36.2	—	—
実施例4	3	0.3	0.5	36.9	—	—
実施例5	3	0.3	1.0	42.9	19.5	0.695
実施例6	3	0.18	1.0	40.5	21.1	0.911
実施例7	3	0.06	0.1	39.2	20.2	1.700
実施例8	3	0.06	0.5	38.5	—	—
実施例9	3	0.06	1.0	39.4	—	—
実施例10	3	0.06	2.0	39.9	19.8	1.745
実施例11	3	0.03	0.5	35.2	—	—
実施例12	3	0.03	1.0	39.2	—	—
比較例1	3	—	—	32.0	17.0	1.750
	アルミ量 (g)	白金量 (g)	使用金粒子 径( $\mu\text{m}$ )	ガラス含浸後 の強度 (Kgf/mm <sup>2</sup> )	ガラス含浸後 の靱性値 (Kgf/mm <sup>3/2</sup> )	ガラス含浸後 の靱性値 (Kgf/mm <sup>3/2</sup> ) のバラツキ (標準偏差)
実施例13	3	0.334	1.0	38.6	—	—
実施例14	3	0.200	1.0	39.0	—	—
	アルミ量 (g)	ガラス 量 (g)	使用ガラス 粒子径 ( $\mu\text{m}$ )	ガラス含浸後 の強度 (Kgf/mm <sup>2</sup> )	ガラス含浸後 の靱性値 (Kgf/mm <sup>3/2</sup> )	ガラス含浸後 の靱性値 (Kgf/mm <sup>3/2</sup> ) のバラツキ (標準偏差)
実施例15	3	0.183	1.0	38.7	—	—
実施例16	3	0.110	1.0	39.5	—	—

【0038】表2に示した結果より、Au金属を含有し  
ない比較例1は、強度の低下、破壊靱性値のバラツキが

発生しているが、Au金属を含有する実施例1～16で  
は、高強度で、靱性値のバラツキも小さいことが分かっ

た。Au金属を含有させることによる高強度、破壊靱性値の向上、及び靱性値のバラツキの減少は図1、2に示す如くAu金属により、クラックの伝播が阻害されることによると考えられる。すなわち、図1に示すように、実施例6の試料に荷重20Kgfにてビッカース圧コンを押し込めた後ではクラック長が約40 $\mu$ mとなっており、図2に示す比較例の同試験によるクラック長(約70 $\mu$ m)に比べて約半分になっている。また、クラックの伝播の仕方に変化があり、比較例1の場合は直線性であるが、実施例6の場合は伝播の方向性に変化があることが分かる。このことは、含有した異物の金金属の影響と考えられる。

【0039】(実施例B)表3に示すように、ジルコニア酸化物粉末原料4.2gに対して1.0 $\mu$ mの銀金属\*

	ジルコニア 量 (g)	銀 量 (g)	銀粒子径 ( $\mu$ m)	ガラス含浸後 の強度 (Kgf/mm <sup>2</sup> )	ガラス含浸後 の靱性値 (Kgf/mm <sup>3/2</sup> )	ガラス含浸後 の靱性値 (Kgf/mm <sup>3/2</sup> ) のバラツキ (標準偏差)
実施例17	4.2	0.163	1.0	39.2	—	—
実施例18	4.2	0.098	1.0	38.5	—	—
比較例2	4.2	—	—	30.5	—	—

【0042】表3の結果より、金属を含有しない比較例2に比べて、実施例17、18のものは高強度であることが判明した。

【0043】(実施例C)表4に示す化学成分の含浸用ガラスを、実施例12において使用したセラミック多孔質体に、200℃まで1分間、1200℃まで10分 ※

\* (Ag)を0.163, 0.098g混合し、石膏板上に刷毛成形により多孔質層を成形した後、その多孔質層を1210℃まで1時間で昇温しその後1210℃で1時間保持して焼成した。得られた多孔質層に表4のG2に示す調合組成のガラスを用い1200℃まで30分間で昇温しその後1200℃で1時間保持の条件にてガラスを含浸させた。その含浸後の試料の強度を測定し表3に併せて示した(実施例17、18)。

【0040】また、比較例2として金属を加えずにジルコニア粉末原料4.2gのみを用いた以外は上記と同様にして強度を測定した結果を表3に併せて示す。

【0041】

【表3】

※間、1200℃で50分間保持の含浸条件で含浸させ、硬度および含浸性について測定した。なお、含浸性については、多孔質層に1時間程度で含浸可能なものについては○、それ以上の含浸時間を要するものは×とした。

【0044】

【表4】

区 分	化学成分 (mol比)				B	A+S	硬 度	含浸性 (軟化性)
	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	BaO <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	B+L	A+S+B+L		
実施例G 1	0.676	0.811	0.541	0.676	0.545	0.450	71.3	○
実施例G 2	0.676	1.575	1.050	0.913	0.700	0.466	71.0	○
実施例G 3	0.676	1.318	0.710	1.052	0.611	0.469	73.8	○
実施例G 4	0.676	0.841	0.453	0.970	0.554	0.484	75.7	○
実施例G 5	0.676	1.217	0.881	1.052	0.643	0.496	74.2	○
実施例G 6	0.676	1.444	1.181	0.913	0.681	0.497	71.4	○
実施例G 7	0.676	0.676	0.676	0.676	0.500	0.500	72.0	○
実施例G 8	0.676	0.776	0.518	0.970	0.534	0.506	76.0	○
実施例G 9	0.676	1.706	0.919	0.730	0.716	0.409	68.5	○
実施例G 10	0.676	0.879	0.473	0.676	0.565	0.425	70.0	○
実施例G 11	0.676	1.706	0.919	0.913	0.717	0.435	70.6	○
比較例G 1	0.676	0.483	0.483	0.290	0.416	0.400	65.0	×
比較例G 2	0.676	1.212	0.413	0.639	0.642	0.521	68.9	×
比較例G 3	0.676	1.313	1.313	0.913	0.661	0.528	71.8	×
比較例G 4	0.676	1.014	1.014	1.052	0.600	0.550	74.9	×
比較例G 5	0.676	1.212	1.413	0.913	0.643	0.552	72.1	×

【0045】表4に示したように、 $(SiO_2 + Al_2O_3) / (SiO_2 + Al_2O_3 + B_2O_3 + La_2O_3)$  (以下SA比という)が0.40以下であり、かつ $B_2O_3 / (B_2O_3 + La_2O_3)$  (以下B比という)が0.46以下であった比較例G1は、硬度が65.0と低く、また軟化性にも劣った。またSA比が0.52以上であった比較例G2～G5は軟化性に劣った。

【0046】これに対して本発明の実施例G1～G11は、SA比を0.40～0.52または0.45～0.52に、B比を0.46～0.72に規制したので、硬度が70.0～75.7であって歯科用陶材フレームとして所望の強度が確保できると共に、いずれも多孔質層に対して1時間以内で含浸できる含浸性を有することが判明し、本発明の効果が確認された。

#### 【0047】

【発明の効果】本発明の金属含有歯科用陶材フレームでは、金属を含有するセラミック多孔質層にガラスを含浸させるものであるため、セラミックコア材としてより高い強度と靱性が確保されると共に、混合する金属の作用により、高強度、靱性値のばらつきが少なく信頼性に優れたものとなる(請求項1)。

【0048】また、上記セラミックとしてアルミナ(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)を用いる事により、耐触性に優れたものとする

ことができる(請求項2)。

【0049】また、上記金属として金(Au)を用いる事により、肌色に近いやわらか身を有する色調と抗菌性とを付与できる(請求項3)。

【0050】さらに、上記ガラスの構成成分を、B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、SiO<sub>2</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>およびLa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>とすることにより、ガラス強度および硬度を増加させると共に、色消し剤としての作用と含浸に有利な粘性とを付与することができる(請求項4)。

【0051】また本発明の金属含有歯科用陶材フレームの製造方法では、セラミック粉末原料に金属粉末を添加した混合粉末原料を成形、焼成して多孔質層を形成した後、該多孔質層にガラスを含浸させたので、より高い強度、靱性値のばらつきが少なく信頼性に優れた金属含有歯科用陶材フレームを容易に製造することができる(請求項5)。

【0052】また、上記のセラミック原料をアルミナ(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)とし、上記の金属粉末原料を金(Au)とすることにより、肌色に近いやわらか身を有する色調と抗菌性と耐触性がさらに付与された金属含有歯科用陶材フレームを容易に製造することができる(請求項



6)。

【0053】また上記のガラス組成比を、  
 $(\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3) / (\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{La}_2\text{O}_3) = 0.40 \sim 0.52$

$\text{B}_2\text{O}_3 / (\text{B}_2\text{O}_3 + \text{La}_2\text{O}_3) = 0.46 \sim 0.72$   
 とすることにより、ガラスの粘性および強度が向上し、  
 含浸時間を著しく短縮することができる。例えば、焼成  
 した多孔質セラミックへのガラスの含浸が1時間、すな  
 わち、従来の1/6に短縮できる(請求項7)。

【0054】さらに、上記のガラス組成比を、

\*  $(\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3) / (\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{La}_2\text{O}_3) = 0.45 \sim 0.52$

$\text{B}_2\text{O}_3 / (\text{B}_2\text{O}_3 + \text{La}_2\text{O}_3) = 0.46 \sim 0.72$

とすることにより、ガラスの硬度をさらに高めることが  
 できる(請求項8)。

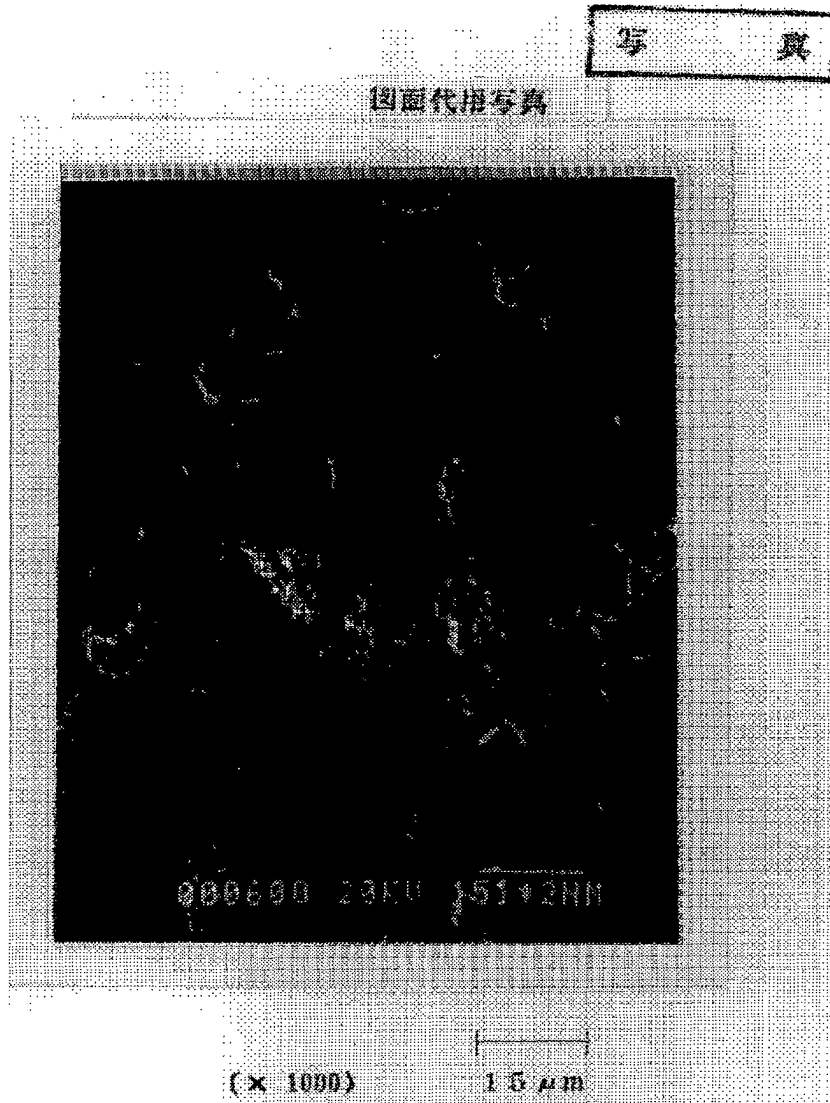
【図面の簡単な説明】

【図1】実施例6の試料に荷重20Kgfにてビッカース  
 ス圧コン押込後のクラック伝播を示す組織写真である。

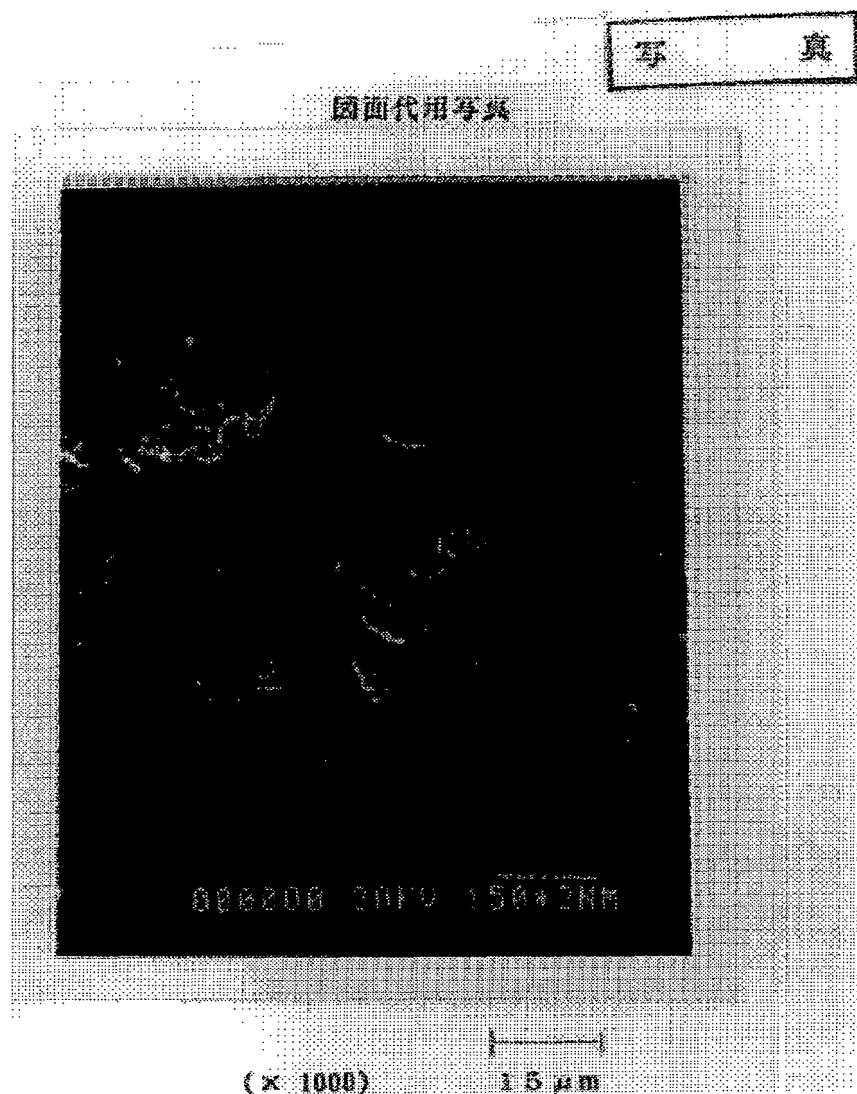
【図2】比較例1の試料に荷重20Kgfにてビッカース

\* 10 ス圧コン押込後のクラック伝播を示す組織写真である。

【図1】



【図2】



## 【手続補正書】

【提出日】平成5年10月19日

## 【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】図1

【補正方法】変更

## 【補正内容】

【図1】実施例6の試料に荷重20Kgfにてビッカース圧コン押込後のクラック伝播を示すセラミック材料の組織の写真である。

## 【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】図2

【補正方法】変更

## 【補正内容】

【図2】比較例1の試料に荷重20Kgfにてビッカース圧コン押込後のクラック伝播を示すセラミック材料の組織の写真である。

フロントページの続き

(72)発明者 滝本 昭夫  
愛知県名古屋市西区則武新町三丁目1番36  
号 株式会社ノリタケカンパニーリミテド  
内  
(72)発明者 神谷 忠雄  
愛知県名古屋市西区則武新町三丁目1番36  
号 株式会社ノリタケカンパニーリミテド  
内

(72)発明者 坂 清子  
愛知県名古屋市西区則武新町三丁目1番36  
号 株式会社ノリタケカンパニーリミテド  
内  
(72)発明者 榊原 肇男  
愛知県名古屋市西区則武新町三丁目1番36  
号 株式会社ノリタケカンパニーリミテド  
内  
(72)発明者 福田 洋一  
愛知県名古屋市西区則武新町三丁目1番36  
号 株式会社ノリタケカンパニーリミテド  
内